

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2675430号

(45) 発行日 平成9年(1997)11月12日

(24) 登録日 平成9年(1997)7月18日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/053			H 0 1 F 1/04	H
C 2 2 C 19/00			C 2 2 C 19/00	J
33/02			33/02	J
38/00	3 0 3		38/00	3 0 3 D
H 0 1 F 41/02			H 0 1 F 41/02	G

請求項の数4 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平2-269635	(73) 特許権者	999999999 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番 28号
(22) 出願日	平成2年(1990)10月9日	(72) 発明者	尾崎 由紀子 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株 式会社技術研究本部内
(65) 公開番号	特開平3-250607	(72) 発明者	下斗米 道夫 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株 式会社技術研究本部内
(43) 公開日	平成3年(1991)11月8日	(72) 発明者	福田 泰隆 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株 式会社技術研究本部内
(31) 優先権主張番号	特願平1-263946	(74) 代理人	弁理士 杉村 暁秀 (外5名)
(32) 優先日	平1(1989)10月12日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平1-335028		
(32) 優先日	平1(1989)12月26日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

審査官 平塚 義三

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐蝕性希土類-遷移金属系磁石およびその製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 RE:10at%以上、25at%以下、
ここでRE:Y, Scおよびランタノイドのうちから選んだ一
種または二種以上
B:2at%以上、20at%以下
を含み、残部は実質的にTM (ただしTMはFe, CoおよびNi
のうちから選んだ一種または二種以上) からなる永久磁
石合金であって、その組織が、Nd₂Fe₁₄B構造を持つRE₂T
M₁₄B (ここでTMは上記と同じ) なる組成の相と、該相よ
りも融点の低い、RE-TM 系金属間化合物相 (ただしT
M は、NiまたはNiとFe, Coのうちから選んだ少なくとも
一種との混合物で、かつTM 中におけるNi含有量は8at
%以上) もしくはRE-TM 系金属間化合物相が関与する
共晶組織 (ここでTM は上記と同じ) および/またはRE
-TM -B系金属間化合物相 (ここでTM は上記と同

2

じ) から構成されていることを特徴とする耐蝕性希土類
-遷移金属系永久磁石。

【請求項2】 請求項1において、融点の低いRE-TM 系
金属間化合物相がCrB構造を有する耐蝕性希土類-遷移
金属系永久磁石。

【請求項3】 RE, TM, B系金属間化合物相 (ただしTMはF
e, CoおよびNiのうちから選んだ一種または二種以上) を
主体とする粉末と、該粉末よりも融点の低い、RE-TM
系金属間化合物相 (ただしTM は、NiまたはNiとFe, Co
のうちから選んだ少なくとも一種との混合物で、かつT
M 中におけるNi含有量は8at%以上) もしくはRE-TM
系金属間化合物相が関与する共晶組織 (ここでTM は上
記と同じ) および/またはRE-TM -B系金属間化合物
相 (ここでTM は上記と同じ) を主体とする粉末との混
合粉を、圧縮成形したのち、焼結することからなる請求

10

項1記載の耐蝕性希土類-遷移金属系磁石の製造方法。

【請求項4】請求項3において、融点の低いRE-TM系金属間化合物相がCrB構造を有する耐蝕性希土類-遷移金属系永久磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

(産業上の利用分野)

この発明は、磁気特性に優れるだけでなく、耐蝕性および温度特性にも優れた希土類-遷移金属系磁石およびその製造方法に関するものである。

(従来の技術)

現在、製造されている代表的な永久磁石材料としては、アルニコ磁石、フェライト磁石および希土類磁石などが挙げられる。アルニコ磁石は歴史的に古いが、安価なフェライト磁石あるいはさらに高い磁気特性を持つ希土類磁石の開発により、需要は低下しつつある。一方フェライト磁石は、酸化物を主原料としていることから化学的に安定で、かつ低コストであるため、現在でも磁石材料の主流を占めているが、最大エネルギー積が小さいという欠点があった。

その後、希土類イオンの持つ磁気異方性と遷移金属元素の持つ磁気モーメントとを組合わせたSm-Co系磁石が出現し、従来の最大エネルギー積を大幅に更新した。しかしながら、Sm-Co系磁石は資源的に乏しいSmとCoを主成分としているために高価な磁石とならざるを得なかった。

そこで高価なSmやCoを含まない、安価でかつ高磁気特性を有する磁石合金の開発が行われ、その結果佐川らは、焼結法により三元系で安定な合金(特公昭61-34242号公報および特開昭59-132104号公報)を、またJ.J.Croatらは液体急冷法により保磁力の高い合金(特開昭59-64739号公報)を開発した。これらはNd, Fe及びBからなる磁石で、その最大エネルギー積はSm-Co系磁石のそれを超えるものである。

しかしながらNd-Fe-B系磁石は、成分として非常に活性の高いNdなどの軽希土類元素および錆び易いFeを多量に含んでいることから、耐蝕性に劣り、その結果、磁気特性が劣化して工業材料としての信頼性に欠けるという欠点があった。

従って耐蝕性の改善のために、たとえば焼結磁石については表面めっき(特開昭63-77103号公報)、コーティング処理(特開昭60-63901号公報)等を施し、また樹脂結合型磁石では磁粉と樹脂を混練する前に予め表面処理を施すなどの対策が講じられているが、いずれも長期間にわたって有効な防錆処理とはいえず、また処理のためコスト高となり、さらには保護膜による磁束のロスなどの問題もあった。

上記の問題の解決策として、発明者らは先に、Nd-Fe-B系磁石のFeをCoおよびNiで高濃度に置換した希土類-遷移金属-ボロン系磁石合金を提案した(特開平2-4939号公報)。

上記の磁石は、耐蝕性に優れ、しかもキュリー点が上昇したので、材料としての信頼性が大幅に向上した。

(この発明が解決しようとする課題)

この発明は、上記の磁石をさらに発展させたもので、二相組織の希土類-遷移金属系磁石を提案する。

なお二相組織のNd系磁石については、先に、希土類富相と希土類貧相の相とを混合・液相焼結した、磁気特性に優れた二合金法による磁石が提案されている(特開昭63-93841号、同63-164403号各公報)が、上記の方法では、磁気特性は向上するものの耐蝕性という点に関しては依然として問題を残していた。

この発明は、上記の問題を有利に解決するもので、磁気特性だけでなく耐蝕性にも優れた二相組織の希土類-遷移金属系磁石を、その有利な製造方法と共に提案することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

まずこの発明の解明経緯について説明する。

さて発明者らに、上記の磁石につき、高分解能電子顕微鏡等を用いて金属組織学的研究を鋭意進めた結果、該磁石には大きな飽和磁束密度を持つNd₂(Fe,Co,Ni)₁₃B相と、この相からなる結晶粒を取り囲んで強い保磁力を発現しているNd₂(Fe,Co,Ni)₁₃, Nd(Fe,Co,Ni)₁₃, Nd₂(Fe,Co,Ni)₁₃, Nd(Fe,Co,Ni)₁₃BおよびNd(Fe,Co,Ni)₁₃B₂、さらにはCrB構造になるNd_{1-x}Tm_x(ただしTmは主としてNi、xは-0.2と0.2との間)などの粒界相が存在することを究明した。

また、腐蝕の発生点となるNd相の量が少なく、しかも上記の粒界相におけるNiやCoの濃度が高いほど、より一層良好な耐蝕性を示すことが併せて突き止められた。

そこで発明者らは、この点につき、さらに考察を重ねた結果、前述の粒界相は、Nd₂(Fe,Co,Ni)₁₃以外はNd-Fe-B系三元状態図の枠組みでは出現し難く、むしろNd-Co-B系の枠組みでしか出現し得ない相であることに想い至った。

参考のため第1図に、Nd-Fe-B三元状態図(N.F.Chaban, Yu.B.Kuzma, N.S.Bilonizhko, O.O.Kachmar and N.U.Petrov, Akad Nauk, SSSR, SetA, Fiz.-Mat. Tekh, Nauki No.10 (1979) 873)を、また第2図には、Nd-Co-B三元状態図(N.S.Bilonizhko and Yu.B.Kuzma, Izv. Akad. Nauk SSSR Neorg. Mater, 19 (1983) 487)を示す(ただし、原論文ではNd₂Fe₁₃B相を~Nd₂Fe₁₃B相と、またNd₂Co₁₃B相を~Nd₂Co₁₃B相と取り違えているので、第1,2図では修正してある。)

第1図において、番号1の相がNd₂Fe₁₃B相であり、その周辺の組成ではNdFe₁₃B相(番号2の相)、Nd相、Nd₂Fe₁₃相およびFe相が出現することになる。ところが第2図においては、番号1のNd₂Co₁₃B相の周辺組成で作製した磁石にはNd₂Co₁₃相、NdCo₁₃相、Nd₂Co₁₃相、NdCo₁₃B相(番号2の相)およびNdCo₁₃B₂相(番号7の相)等が現れ、本来Nd相は平衡状態では出現しない筈である。

先にも述べたように、Nd相は錯の発生点となるが、一方で主相の結晶粒を取り囲んで保磁力を発現させる作用がある。

そこでこの発明は、磁氣的に有用な二相、すなわち残留磁束密度の高いRE₂TM₁₄B相と、融点が低くて焼結性を上げ、また主相の結晶粒をクリーンな界面で取り囲んで保磁力を発現し、さらには主相と同程度に電気化学的に貴となるような組成のRE-TM相やRE-TM-B相とを出発材料として二相磁石を作製することにより、磁気特性および耐熱性に優れた永久磁石を得ようとするものである。

すなわちこの発明は、

RE:10at%以上、25at%以下、

ここでRE:Y, Scおよびランタノイドのうちから選んだ一種または二種以上

B:2at%以上、20at%以下

を含み、残部は実質的にTM（ただしTMはFe, CoおよびNiのうちから選んだ一種または二種以上）からなる永久磁石合金であって、その組織が、 $Nd_2Fe_{14}B$ 構造を持つ $RE_2TM_{14}B$ （ここでTMは上記と同じ）なる組成の相と、該相よりも融点の低い、 $RE-TM$ 系金属間化合物相（ただしTMは、NiまたはNiとFe, Coのうちから選んだ少なくとも一種との混合物で、かつTM' 中におけるNi含有量は8at%以上）もしくは $RE-TM$ 系金属間化合物相が関与する共晶組織（ここでTM' は上記と同じ）および/または $RE-TM'-B$ 系金属間化合物相（ここでTM' は上記と同じ）から構成されていることを特徴とする耐蝕性希土類-遷移金属系永久磁石である。

またこの発明は、RE、TM、B系金属間化合物相（ただしTMはFe、CoおよびNiのうちから選んだ一種または二種以上）を主体とする粉末と、該粉末よりも融点の低い、RE-TM系金属間化合物相（ただしTMは、NiまたはNiとFe、Coのうちから選んだ少なくとも一種との混合物で、かつTM中におけるNi含有量は8at%以上）もしくはRE-TM系金属間化合物相が関与する共晶組織（ここでTMは上記と同じ）および／またはRE-TM-B系金属間化合物相（ここでTMは上記と同じ）を主体とする粉末との混合粉を、圧縮成形したのち、焼結することからなる請求項1記載の耐蝕性希土類-遷移金属系磁石の製造方法である。

この発明において、耐蝕性のより一層の向上のためには、粒界相となるRE-TM'系やRE-TM'-B系の金属間化合物相を主相と同程度に電気化学的に貴としてガルバーニ腐蝕が起きないようにすることが有効であり、従ってRE-TM'系およびRE-TM'-B系低融点相におけるTM'に占めるNiおよび/またはCoの比率を、RE₂TM₄B相におけるそれよりも高めることが好ましい。とくにNiの比率を高めることが耐蝕性の向上にとりわけ効果的である。

かような低融点RE-TM 系金属間化合物相としては、

CrB構造を有するものが特に好適である。

またこの発明において、RE₂TM₃、B金属間化合物相とRE-TM系、RE-TM-B系金属間化合物相との比率は、式量単位で95:5ないし40:60程度とするのが好ましい。

というのは両者の比率が上記の範囲を外れると保磁力や飽和磁束密度の著しい劣化を招く不利が生じるからである。ここに式量 (formula unit) とは、たとえば $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ を一つの分子 (固体ではこれを formula という) とみなした場合に相当する。混合に供する各粉末の粒径は、 $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ 程度がハンドリングの容易さや均質な混合のために望ましい。

ここにRE₂TM₃, B金属間化合物相よりも融点の低いRE-TM系金属間化合物相(共晶組織も含む。以下同じ)およびRE-TM-B系金属間化合物相の代表組成を示すと、次のとおりである。

· RE-TM' 系

$$\text{RE}_2\text{TM}_3, \text{RETM}_3, \text{RE}_2\text{TM}_7, \text{RETM}_9, \text{RETM}_5, \text{RE}_{1-x}\text{TM}_{1+x}, \text{RE}_7\text{T}$$

$$\text{M}_9, \text{RE}_3\text{TM}_{10} \text{および TE-TM 共晶組織}$$

· RE-TM' - B系

20 RETM₁ B, RE₁ TM₁ B₁, RE₂ TM₂ B₂, RE₂ TM₂ B₃, RE₂ TM₂ B₃, RETM₂ B₆, RETM₂ B₂, RETM₂ B₄, RE₂ TM₂ B₁

なお上記した RE_2TM_3 , Bや $RE-TM$ 系、 $RE-TM-B$ 系金属間化合物相を主相とする粉末は、次のようにして得ることができる。

すなわち所定の組成になるように各構成元素単体を秤量し、アーク溶解ないしは高周波溶解で、真空中または不活性ガス雰囲気中に合金インゴットを作る。ついでそのインゴットを同じく真空中または不活性ガス雰囲気下で、600～1000℃の温度で1～30日間保持して単相の金属間化合物とする。なお金属間化合物は一般に、ある程度（～20%）の固溶範囲をもつものが多いので、出発組成もそれに応じて組成の幅が許容される。

単相とした金属間化合物は、ハンマーミルで粗粉碎したのち、ジェットミルあるいはアトライターを用いて0.5~5 μ m径の微粉とする。なお、低融点相RE-TM'、RE-TM'-Bの中で、硬度が低く粉碎が困難なものに関しては、ハンマーミル粉碎の前に、予め室温~350°C程度の温度範囲で数時間水素脆化させると、その後の解砕が容易である。

40 (作用)

この発明に従い、予め作製しておいたRE、TM、Bの組成を持つ金属間化合物を主体とする粉末を、それより融点の低い、予め作製しておいたRE-TM系金属間化合物もしくはRE-TM-B系金属間化合物を主相とする粉末の1種以上とを混合してプレスした後に焼結を行うことによって、高磁石特性と高耐蝕性との両者を兼備させることができる。

この理由は、 $\text{RE}_2\text{TM}_3\text{B}$ の金属間化合物相を主体とする粉末より融点の低い粉末は、焼結を促進させるとともに $\text{RE}_2\text{TM}_3\text{B}$ の結晶粒間に粒界相を形成して保磁力を向上さ

せる作用を持つからと考えられる。

さてRE、TM、B相において、REとしては、その磁気モーメントの大きさやTM原子との磁気的カップリングの観点から、またコスト的にも、NdやPrが望ましいけれども、その他のRE、さらにはそれらとNd、Prとの組合せでもよいのは言うまでもない。

TMについては、Fe、CoおよびNiのうちから選んだ一種または二種以上であれば良く、とくに磁石の高耐蝕性の観点からはNiの割合を大きくすることが望ましい。またこのRE、TM、B相が磁石の飽和磁束密度を担っているの10で、TM中のFe、CoおよびNiの存在割合は、Feが10at%以上、73at%未満、Coが7at%以上、50at%以下、Niが5at%以上、30at%以下程度とするのが望ましいが、TMとしてのFeが100%のRE、TM、B相を主相とする場合もこの発明の永久磁石の耐蝕性は従来のRE-TM-B磁石より優れており、従って磁石の用途によっては勿論主相として採用することができる。

次にRE-TM系およびRE-TM-B系低融点相におけるREとしては、コストを重視する場合にはLa、Ce、Pr、Ndなどの軽希土類元素が、また一層耐蝕性を高めたい場合には原子番号でSm以降のLuまでの中重希土類元素やY、Scなどが有利に適合する。

またTMについては、Niおよび/またはCo、とくにNiを含有させることが耐蝕性の向上に効果的なので、この発明では、TMとしてNiは必ず含有させるものとし、その含有量は耐蝕性の観点から8at%以上の限定した。

Niの添加効果は次のとおりである。

i) RE-TM系およびRE-TM-B系の融点を下げ、液相焼結時における液相の浸潤を促進し、焼結密度を上げ、残留磁束密度を向上させる。

ii) 上記i)と同じ理由で、液相焼結時における液相の粒界クリーニング効果を高め、保磁力の一層の向上に効果がある。

iii) Coより耐蝕性の改善に有効であり、また安価でもある。

さらに低融点相のNiおよび/またはCoの比率をRE、TM、B相のそれよりも高めることによって、耐蝕性を一段と向上させることができるが、この理由は、低融点相ではRE/TMの比率が、RE、TM、B相のそれよりも一般に高いので、ガルバニ腐食が起きないように電気化学的腐食電位を主相と粒界相でほぼ同じにするには、粒界相となる低融点相でのNiの比率を高めることが望ましいからである。さらに磁気的には無用のNd相を排除できるので、残留磁束密度が増加し、その結果最大エネルギー積(BH)_{max}も向上する。

この点、粒界相にNiを富化させる方法としては、従来のように最初から磁石全体の平均組成で合金を溶解し、粉砕、プレス、焼結を行い、主相のRE、TM、BへのNiの固

溶限が小さいことを利用して結果的に粒界相にNiを富化させることもできる。

しかし、より有利な方法として、主相と粒界相の粉末を予め別々に製作しておき、それを混合、プレス、焼結する方法を提案したのである。このいわゆる二相粉末混合合法によれば、粒界相にNiを富化させた磁石の製造が容易だけでなく、保磁力の向上に有利となるDyやGaなどの元素を粒界相に仕込んでその効果を高めることもできるのである。

10 なお、主相のREと低融点相のREとは同一の元素である必要はない。また上記した二相を主成分とする磁石において、REとTMおよびTMの一部を、Mg, Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Ag, Au, Cd, Rh, Pd, Ir, Pt, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Hf, TaおよびWのうちから選んだ少なくとも一種で、磁石全体の8at%まで置換してもこの発明の効果が失われることはない。

さらに製造方法に関しては、上記したような、RE、TM、B組成の粉末と、融点の低いRE-TM系および/またはRE-TM-B系金属間化合物相を主体とする粉末との20混合粉を、圧縮成形したのち、焼結する方法の他、磁石特性は幾分犠牲になるけれども、大型磁石の製造法として、上記の混合粉を鉄パイプ中に真空封入したのち、熱間圧延しつつ焼結を行わせる方法も可能である。

(実施例)

実施例1

ネオジム、遷移金属およびボロンの原子比が2:14:1となるようにアーク溶解して、合金ボタンを作製し、真空炉で950°C、7日間の均一化処理を施したのち、粗粉砕と微粉砕を施して、数ミクロンの径の微粉末を得た。なおこのとき遷移金属中のFe、Co、Niの比率を種々に変化させて、複数種の合金粉を製造した。

同様に、ネオジムまたは(ネオジム+ジスプロシウム)とニッケルとの比が1:1となる粉末を作製した。その際の均一化処理条件は680°C、5日間とした。

次に、上記の2グループの中から種類づつを選んでそれらを表1に示す種々の割合で混合し、15kOeの磁場を印加しつつプレスしたのち、真空雰囲気下1000°Cで2時間焼結し、その後室温まで急冷した。

40 かくして得られた試料の磁気特性および腐蝕特性について調べた結果を表1に示す。なお腐蝕特性は、表面に一切の皮膜を付けずに、試料を温度70°C、湿度95%の環境に48時間さらしたのちにおける試料表面の発錆面積率で評価した。

また表1には比較のため、焼結磁石の全体組成で最初から溶解し、粗粉砕-微粉砕-磁場中プレス-焼結工程からなる従来法によって製造した試料の調査結果も併せて示す。

表

1

No	粉末混合比率 (式量比率%)		遷移金属比率 (原子数比率%)	磁石組成 (at%)						Br (kG)	iHc (kOe)	(BH) _{max} (MGOe)	発錆面積 (%)	備考
				Nd	Dy	Fe	Co	Ni	B					
1	Nd ₂ TM ₁ B ₁ Nd ₁ Ni ₁	50 50	Fe:Co:Ni 100:0:0	15.79	—	73.69	—	5.26	5.26	12.0	7.2	32.5	11	適合例1
2	上記全体組成アーク溶解			〃	—	〃	—	〃	〃	13.3	5.7	35.2	30	比較例1
3	Nd ₂ TM ₁ B ₁ Nd ₁ Ni ₁	55 45	Fe:Co:Ni 75:25:0	15.12	—	56.34	18.78	4.39	5.37	11.8	5.8	29.8	2	適合例2
4	上記全体組成アーク溶解			〃	—	〃	—	〃	〃	12.5	4.0	28.0	9	比較例2
5	Nd ₂ TM ₁ B ₁ Nd ₁ Ni ₁	50 50	Fe:Co:Ni 65:30:5	15.8	—	47.9	22.1	8.9	5.3	11.5	13.2	32.0	0	適合例3
6	上記全体組成アーク溶解			〃	—	〃	〃	〃	〃	12.0	4.0	26.4	6.5	比較例3
7	Nd ₂ TM ₁ B ₁ Nd ₁ Ni ₁	45 55	Fe:Co:Ni 65:30:5	16.6	—	46.8	21.6	9.9	5.1	11.6	8.0	29.6	0	適合例4
8	上記全体組成アーク溶解			〃	—	〃	〃	〃	〃	12.0	3.7	22.0	2	比較例4
9	Nd ₂ TM ₁ B ₁ (Nd _{0.99} Dy _{0.01}) ₁ Ni ₁	50 50	Fe:Co:Ni 100:0:0	15.74	0.05	73.69	—	5.26	5.26	11.4	9.7	31.5	1	適合例5
10	上記全体組成アーク溶解			〃	〃	〃	—	〃	〃	12.8	8.5	35.0	28	比較例5
11	Nd ₂ TM ₁ B ₁ (Nd _{0.99} Dy _{0.01}) ₁ Ni ₁	50 45	Fe:Co:Ni 80:20:0	15.08	0.04	56.34	18.78	4.39	5.37	11.3	8.1	30.0	3	適合例6
12	上記全体組成アーク溶解			〃	〃	〃	〃	〃	〃	12.6	5.0	31.7	7	比較例6

同表より明らかなように、この発明に従う二相組織の希土類-遷移金属系磁石は、従来のように全体組成で最初から溶解したものに比べ、磁気特性は勿論のこと耐蝕性が格段に向上している。

実施例2

ネオジム、遷移金属およびボロンの原子比が2:14:1となるようにアーク溶解して、合金ボタンを作製し、真空炉で950℃、7日間の均一化処理を施したのち、粗粉碎と微粉碎を施して、数ミクロンの径の微粉末を得た。なおこのとき遷移金属中のFe,Co,Niの比率を種々に変化させ

て、複数種の合金粉を製造した。

同様に、ネオジムおよび/またはジスプロシウムあるいはプラセオジムと、ニッケルまたは(ニッケル+コバルト)との原子比が3:1となる粉末を作製した。その際の均一化処理条件は485℃、5日間とした。

かくして得られた試料の磁気特性および腐蝕特性についての調査結果を表2に示す。

なお表2には、参考のため、特開昭63-164403号公報に開示の磁石の特性について調べた結果も、併記する。

No	粉末混合比率 (式量比率%)	遷移金属比率 (原子数比率%)	磁石組成(at%)							Br (kG)	Hc (kOe)	(BH) _{max} (MGOe)	充磁面積 (%)	備考
			Nd	Dy	Pr	Fe	Co	Ni	B					
13	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Nd ₂ Ni ₁	65 35 Fe:Co:Ni 100:0:0	18.88	-	-	73.09	-	2.81	5.22	12.6	12.0	34.0	5	適合例 7
14	上記全体組成了一く溶解		//	-	-	//	-	//	//	13.1	11.2	36.2	50	比較例 7
15	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Nd ₂ Ni ₁	65 35 Fe:Co:Ni 70:30:0	18.88	-	-	51.16	21.92	2.81	5.22	12.0	15.0	35.2	0	適合例 8
16	上記全体組成了一く溶解		//	-	-	//	//	//	//	12.8	7.9	34.8	10	比較例 8
17	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Nd ₂ Ni ₁	65 35 Fe:Co:Ni 65:30:5	18.88	-	-	47.51	21.92	6.47	5.22	11.5	10.5	32.0	0	適合例 9
18	上記全体組成了一く溶解		//	-	-	//	//	//	//	12.3	6.8	32.2	5	比較例 9
19	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ (Nd _{0.97} Dy _{0.03}) ₂ Ni ₁	65 35 Fe:Co:Ni 80:20:0	18.63	0.25	-	54.48	14.61	2.81	5.22	11.6	15.5	32.0	3	適合例10
20	上記全体組成了一く溶解		//	//	-	//	//	//	//	12.3	8.1	32.6	20	比較例10
21	Pr ₂ Ti ₄ B ₁ Pr ₂ Ni ₁	70 30 Fe:Co:Ni 85:15:0	-	-	16.60	64.32	11.35	2.32	5.41	11.8	9.5	33.0	2	適合例11
22	上記全体組成了一く溶解		-	-	//	//	//	//	//	12.5	6.2	32.3	25	比較例11
23	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Nd ₂ (Ni _{0.1} Co _{0.2}) ₁	70 30 Fe:Co:Ni 80:20:0	17.56	-	-	59.85	15.42	1.83	5.34	12.2	10.5	35.1	3	適合例12
24	上記全体組成了一く溶解		//	-	-	//	//	//	//	12.8	6.3	34.6	25	比較例12
25	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Dy ₂ Ni ₁	55 45 Fe:Co:Ni 80:20:0	9.87	12.11	-	55.25	13.80	4.04	4.93	7.0	28.5	12.0	3	適合例14
26	上記全体組成了一く溶解		//	//	-	//	//	//	//	8.8	15.3	16.5	8	比較例14
27	Nd ₂ Ti ₄ B ₁ Nd ₁ (Co _{0.1} Fe _{0.9}) ₁	65 35 Fe:Co:Ni 70:30:0	18.88	-	-	52.57	23.33	-	5.22	12.3	16.0	35.5	14	従来例

同表より、この発明に従う二相組織の希土類-遷移金属系磁石は、磁気特性および耐蝕性に優れていることが

50

わかる。また適合例8および適合例13を比べれば明らかのように、とくにRE₂(Ni,Co)₁においてNi比率が高く

なるほど耐蝕性は向上している。さらに従来例については、磁石特性は良好ではあるけれども、Niを含有していないので耐蝕性に劣る。

実施例3

実施例1と同様にして、RE₂TM₁₄B組成の合金微粉末を、作製した。またこれを混合する粉末原料として、RE₂TM*

*, Bの粉末よりもTM中に占めるNiやCoの比率を高めた合金微粉末を作り、それらを混合したのち、実施例1と同様にして、焼結磁石を製造した。

かくして得られた焼結磁石の特性を、従来法により得られた焼結磁石のそれと比較して表3に示す。

表

3

No	粉末混合比率 (式量比率%)	遷移金属比率 (原子数比率%)	磁石組成(at%)						Br (kG)	iHc (kOe)	(BH) _{max} (MGOe)	発錆 面積 (%)	備考
			Nd	Dy	Fe	Co	Ni	B					
28	Nd ₂ TM ₁₄ B ₁ 60 NdTM ₄ B ₁ 40	Fe:Co:Ni 65:30:5 2.25:61.5:38.25	12.69	—	43.65	27.78	7.94	7.94	11.9	7.2	31.7	0	適合 例15
29	上記全体組成ア ーク溶解	55:35:10	//	—	//	—	//	//	12.7	5.1	31.5	3	比較 例15
30	Nd ₂ TM ₁₄ B ₁ 55 NdTM ₄ B ₁ 45	70:30:0 17.2:30:52.8	12.86	—	47.30	23.65	7.89	8.30	11.5	6.5	29.8	0	適合 例16
31	上記全体組成ア ーク溶解	60:30:10	//	—	//	//	//	//	12.3	4.8	30.5	3	比較 例16
32	Nd ₂ TM ₁₄ B ₁ 45 NdTM ₄ B ₁ 55	100:0:0 3.4:58.0:38.6	13.24	—	47.30	23.65	7.89	8.30	11.8	8.0	32.1	0	適合 例17
33	上記全体組成ア ーク溶解	60:30:10	//	—	//	//	//	//	12.6	5.2	31.7	3	比較 例17

同表より明らかなように、混合粉末として、RE₂TM₁₄B粉末よりもTM中に占めるNiやCoの比率を高めた合金微粉末を用いた場合は、耐蝕性のより一層の改善が達成されている。

(発明の効果)

かくしてこの発明によれば、従来の製造法に比べて、耐蝕性が向上し、かつ磁気特性も改善された希土類-遷

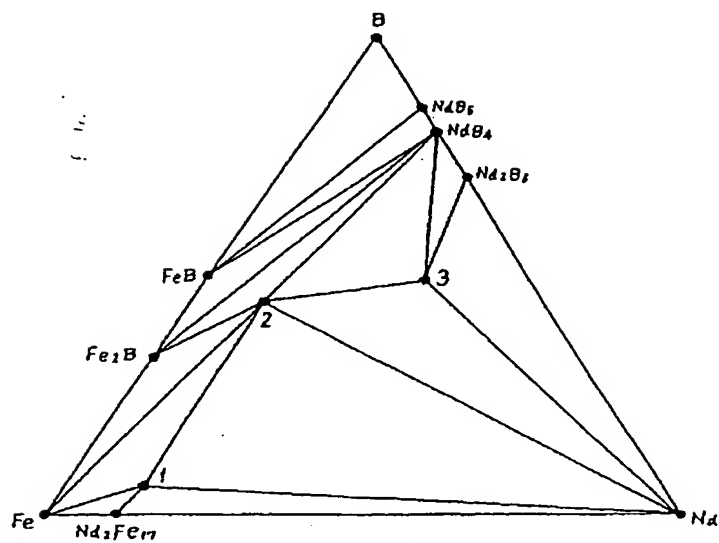
移金属系磁石を製造することができ、とくに耐蝕性が改善されたことにより、工業材料としての信頼性の著しい向上が実現した。

【図面の簡単な説明】

第1図は、Nd-Fe-B三元状態図、

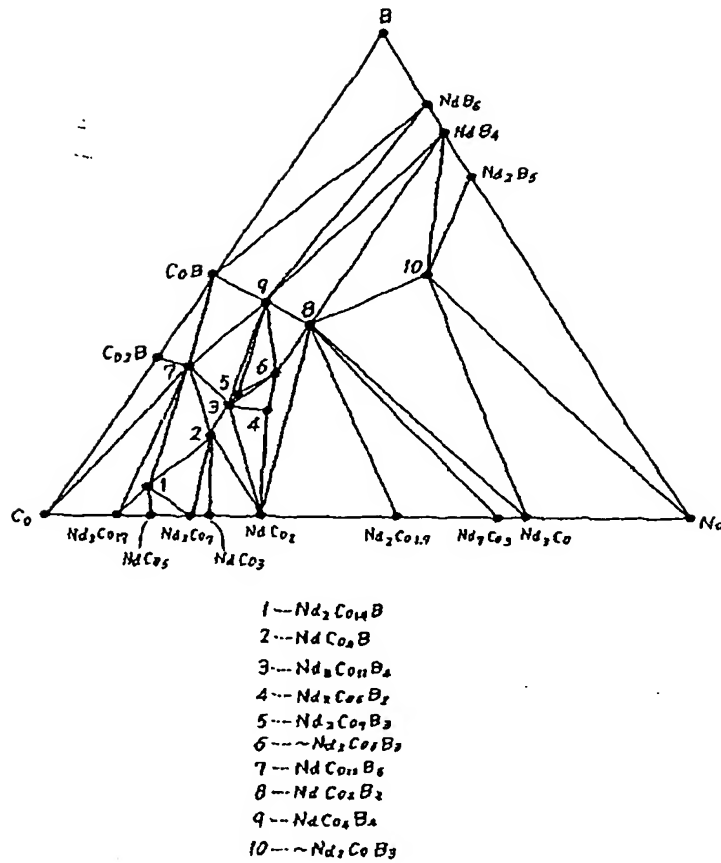
第2図は、Nd-Co-B三元状態図である。

【第1図】



- 1 --- $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$
 2 --- NdFe_4B_4
 3 --- Nd_2FeB_3

【第2図】



フロントページの続き

(72)発明者 藤田 明
 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株
 式会社技術研究本部内

(72)発明者 北野 葉子
 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株
 式会社技術研究本部内

(72)発明者 下村 順一
 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株
 式会社技術研究本部内

(56)参考文献 特開 昭63-127505 (J P, A)